

PREPARATION OF CAMPHOR WITH ISOBORNEOL BY GAS PHASE DEHYDROGENATION

Publication number: CN1059710

Publication date: 1992-03-25

Inventor: YÜNLUNG JI (CN); QINGZHI CHENG (CN); YANG
GUOLI (CN)

Applicant: GUANGZHOU CHEMICAL INST THE CH (CN)

Classification:

- international: C07C45/29; C07C49/437; C07C45/00; C07C49/00;
(IPC1-7): C07C45/29; C07C49/437

- european:

Application number: CN19901007669 19900910

Priority number(s): CN19901007669 19900910

Report a data error here

Abstract of CN1059710

This invention belongs to composition method of camphor. The ios-borneol proceeds gas phase decompression and dehydrogenation in fixed bed with zinc-calcium as catalyst. The dehydrogenation temp. is 240-320 deg.C., pressure is 0-60 mm Hg, space shifting of matter is 0.05-1.0 per hr. The technologic method provided by this invention has the advantages of simple operation, capably continuous proceeding, no need of solvent and no three-wastes. The conversion rate of iso-borneol is more than 98% and selectivity is more than 98%.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide



〔12〕发明专利申请公开说明书

〔21〕申请号 90107669.4

〔51〕Int.Cl.⁵
C07C 49/437

〔43〕公开日 1992年3月25日

〔22〕申请日 90.9.10
〔71〕申请人 中国科学院广州化学研究所
地址 510650 广东省广州市五山 1122 信箱
〔72〕发明人 季允隆 陈庆之 杨国丽
曹舒林 蔡晓军 刘尧权

〔74〕专利代理机构 中国科学院广州专利事务所
代理人 李继兰

C07C 45/29

说明书页数: 2 附图页数:

〔54〕发明名称 异龙脑气相脱氢制樟脑

〔57〕摘要

本发明属于樟脑合成方法。

用锌—钙作催化剂,使异龙脑在固定床中进行气相减压、脱氢制备樟脑。脱氢温度为 240—320℃,压力为 0—60mmHg,物料空速为 0.05—1.0 时⁻¹。本发明提供的工艺方法具有操作简便,可以连续进行,不需溶剂,产率高和无三废等优点,异龙脑转化率>98%,选择性>98%。

(BJ)第1456号

BEST AVAILABLE COPY

<20>

权 利 要 求 书

1. 一种由异龙脑制备樟脑的方法, 该方法将异龙脑进行脱氢反应, 其特征为脱氢反应在气相减压下进行, 不须加入任何溶剂, 反应温度为240—320℃, 压力为0—60mmHg, 物料空速为0.05—1.0时⁻¹, 全过程是在固定床流通式反应器中完成的。

2. 根据权利要求1中所述的方法, 其特征就在于所述的固定床是锌—钙型固体催化剂。

3. 根据权利要求1中所述的方法, 其特征就在于所述的固定床流通式反应器, 由原料瓶、反应柱和接受器组成, 反应柱内装有催化剂, 外有加热系统, 一端与原料瓶相连, 另一端经接受器、冷凝器与真空系统相连接, 原料瓶与氢气系统相连, 并有加热系统。

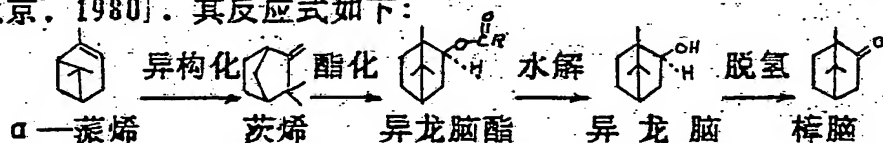
4. 根据权利要求1, 2所述的方法, 其特征就在于所述的催化剂使用前须经氢气还原, 还原温度为250—340℃, 时间2—6小时, 催化剂活性下降后可以再生使用。

说明书

异龙脑气相脱氢制樟脑

本发明属于樟脑合成法。

樟脑广泛地用于工业和医药卫生等方面。工业上合成樟脑通常从 α -蒎烯出发，经过异构化、酯化、水解和脱氢等四步制得。[J.D.Roberts and M.C.Caserio, Basic Principles of Organic Chemistry, W.A.Benjamin, Inc., Second Edition 1977, P1467]. [南京林产工业学院主编，林产化学与工业手册，上册，362—381，中国林业出版社，北京，1980]。其反应式如下：



其中的异龙脑脱氢是采用碱式碳酸铜作催化剂，并加入二甲苯作溶剂，以间歇方式进行的。其主要缺点是催化剂基本上不能重复使用，必须使用溶剂，反应不能连续进行，操作比较麻烦和收得率相对较低等。

本发明的要点在于用铈—钙作催化剂，使异龙脑在固定床中气相减压脱氢制备樟脑。反应中无需加入溶剂，反应可以连续进行。反应温度为240—320℃，压力为0—60mmHg，物料空速为0.05—1.0时⁻¹。本法异龙脑的转化率>98%，脱氢生成樟脑的反应的选择性>98%。

脱氢反应在固定床流通式反应器中进行。该装置主要由原料瓶、反应柱和接受器组成。反应柱内装催化剂，外有加热系统，其下端与带有三个口的原料瓶相连。该瓶其余两个口分别连接氢气供给系统和

插入温度计，瓶外设有加热系统。柱的上端与接受器相连，后者经冷凝器与真空系统相接。催化剂使用前必须在反应柱中用氢气还原，在250—340℃常压下进行2—6小时。催化剂可以重复使用，活性下降后可以再生。

实例一

取纯度为98.7%的异龙脑40克放入原料瓶中。置1101型锌—钙催化剂200克于反应柱中，并在290℃下通氢还原4小时。然后停止通氢，抽真空至压力为20mmHg，保持柱温在290℃，加热原料瓶至135℃。经2小时后，得到樟脑38.4克，纯度为98.8%，收得率为97.3%。异龙脑的转化率为99.5%。

实例二

取异龙脑20克放入原料瓶中。把1101型锌—钙催化剂100克装入反应柱中，并在305℃下通氢还原4小时。然后停止通氢气，抽真空至压力为25mmHg，保持柱温在295℃，加热原料瓶至150℃。经0.4小时后，得到樟脑19克，收得率为96.3%，异龙脑转化率为99.2%。